

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
31 mai 2001 (31.05.2001)

PCT

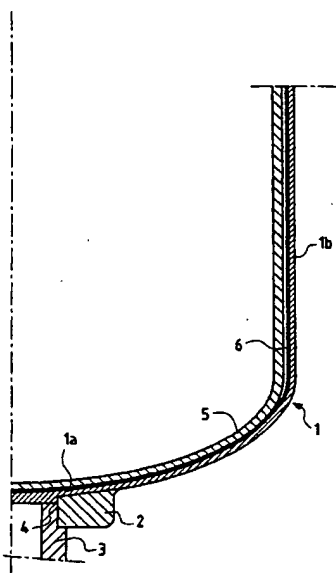
(10) Numéro de publication internationale
WO 01/38625 A2

- (51) Classification internationale des brevets⁷: D04H 3/07 (72) Inventeurs; et
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR00/03276 (75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*): GUIRMAN, Jean-Michel [FR/FR]; 41, rue du Peyron, F-33130 Begles (FR). COUPE, Dominique [FR/FR]; 70, avenue de Paris, Parc Ste Christine, F-33185 Le Haillan (FR). GEORGES, Jean-Michel [FR/FR]; 96, rue de Linas, F-33290 Blanquefort (FR).
(22) Date de dépôt international: 24 novembre 2000 (24.11.2000)
(25) Langue de dépôt: français
(26) Langue de publication: français
(30) Données relatives à la priorité: (74) Mandataires: JOLY, Jean-Jacques etc.; Cabinet Beau de Loménie, 158, rue de l'Université, F-75340 Paris Cedex 07 (FR).
99/14766 24 novembre 1999 (24.11.1999) FR (81) États désignés (*national*): JP, KR, US.
00/10564 11 août 2000 (11.08.2000) FR
(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*): (84) États désignés (*régional*): brevet européen (AT, BE, CH, SNECMA MOTEURS [FR/FR]; 2, boulevard du Général Martial Valin, F-75015 Paris (FR). CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD FOR MAKING A BOWL IN THERMOSTRUCTURAL COMPOSITE MATERIAL, RESULTING BOWL AND USE OF SAME AS CRUCIBLE SUPPORT

(54) Titre: PROCEDE DE FABRICATION D'UN BOL EN MATERIAU COMPOSITE THERMOSTRUCTURAL, BOL TEL QU'OBTENU PAR LE PROCEDE, ET UTILISATION DU BOL COMME SUPPORT DE CREUSET



(57) Abstract: The invention concerns a method for making a single-piece bowl in thermostructural composite material consisting of a fibrous reinforcement densified by a matrix which consists in supplying one-piece deformable fibrous strata free of slots and cuts, stacking said deformable strata on a form corresponding to the bowl to be produced, by deforming them; and assembling the stacked strata together by means of fibres extending transversely relative to the strata, for example by needling so as to obtain a bowl preform which is then densified. The bowl (1) is useful as a crucible support (5) in an installation producing monocrystalline silicon.

[Suite sur la page suivante]

WO 01/38625 A2

**Publiée:**

— Sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport.

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(57) **Abrégé:** Un procédé de fabrication d'un bol monobloc en matériau composite thermostructural formé d'un renfort fibreux densifié par une matrice qui comprend la fourniture de strates fibreuses déformables en un seul tenant exemptes de fentes ou de découpes, la superposition desdites strates sur une forme correspondant au bol à réaliser, en les déformant, et la liaison des strates superposées entre elles au moyen de fibres s'étendant transversalement par rapport aux strates, par exemple par aiguilletage de manière à obtenir une préforme de bol qui est ensuite densifiée. Le bol (1) est utilisable comme support de creuset (5) dans une installation de production de silicium monocristallin.

Titre de l'invention

Procédé de fabrication d'un bol en matériau composite thermostuctural, bol tel qu'obtenu par le procédé, et utilisation du bol comme support de creuset.

5

Domaine de l'invention

L'invention concerne la fabrication de pièces creuses en matériau composite thermostuctural, plus particulièrement de pièces ayant une forme d'embouti profond, non développable, non
10 nécessairement axisymétriques, avec une partie de fond et une partie latérale raccordées par des portions de rayons de courbures pouvant être relativement faibles. Par souci de commodité, de telles pièces seront désignées sous le terme générique de bols dans tout le reste de la description et dans les revendications. Un domaine d'application de
15 l'invention est par exemple la fabrication de bols destinés à recevoir des creusets contenant du métal fondu, tel que du silicium, notamment pour le tirage de lingots de silicium, ou d'autres métaux, dans d'autres domaines de la métallurgie.

Par matériau composite thermostuctural, on entend un
20 matériau comprenant un renfort fibreux en fibres réfractaires, par exemple en fibres de carbone ou de céramique, densifié par une matrice réfractaire, par exemple en carbone ou en céramique. Les matériaux composites carbone/carbone (C/C) et les matériaux composites à matrice céramique (CMC) sont des exemples de matériaux composites
25 thermostucturaux.

Arrière-plan de l'invention

Un procédé bien connu de production de silicium monocristallin, destiné plus particulièrement à la fabrication de produits
30 semi-conducteurs, consiste à faire fondre du silicium dans un réceptacle, à mettre en contact avec le bain de silicium liquide un germe de cristal ayant l'arrangement cristallin désiré, pour initier la solidification à partir du silicium contenu dans le creuset, avec l'arrangement cristallin voulu, et à tirer mécaniquement hors du creuset un lingot de silicium monocristallin
35 ainsi obtenu. Ce procédé est connu sous l'appellation procédé Czochralski, ou procédé "CZ".

Le réceptacle contenant le silicium fondu est fréquemment un creuset en silice, ou quartz (SiO_2) placé dans un bol, quelquefois dénommé suscepteur, qui est généralement en graphite. Le chauffage peut être assuré par rayonnement à partir d'un corps cylindrique conducteur électrique en graphite, par exemple chauffé par effet Joule, qui entoure le bol. Le bol repose par son fond sur un support. A cet effet, le fond du bol est généralement usiné, notamment pour former une portée de centrage et une zone d'appui. En outre, dans l'application considérée, les impératifs de très haute pureté impliquent de faire appel à des matières premières pures, à des procédés non polluants et/ou à des procédés de purification à l'état final ou à un état intermédiaire de fabrication du bol. Pour les produits carbonés (tels que graphite ou composites C/C), des procédés de purification par traitement à haute température (plus de 2000°C) sous atmosphère neutre ou réactive (par exemple halogène) sont connus et utilisés de façon courante.

Les pièces en graphite utilisées comme bols sont fragiles. Elles sont souvent réalisées en plusieurs parties (architecture en "pétales") et ne peuvent retenir le silicium fondu en cas de fuite ou rupture du creuset en silice. Ce problème de sécurité devient de plus en plus critique avec l'augmentation de taille des lingots de silicium tirés, donc l'accroissement de la masse de silicium liquide. Par ailleurs, les bols en graphite ont généralement une faible durée de vie et une épaisseur importante, donc aussi un encombrement et une masse importants.

Pour éviter ces inconvénients, il a déjà été proposé de réaliser des bols en matériau composite C/C. Un tel matériau a une tenue mécanique bien supérieure à celle du graphite. La réalisation de bols de grand diamètre, par exemple atteignant, voire dépassant 850 mm, peut alors être envisagée, pour faire face à la demande de lingots de silicium monocristallins de plus grande section. En outre, l'épaisseur des bols peut être diminuée, par rapport à celle des bols en graphite, ce qui permet une meilleure transmission du flux thermique vers le creuset et diminue l'encombrement. Par ailleurs, les matériaux C/C sont moins exposés que le graphite à la fragilisation consécutive à la corrosion par SiO provenant du creuset.

La fabrication d'une pièce en matériau composite C/C ou plus généralement en matériau composite thermostructural, comprend

habituellement la réalisation d'une préforme fibreuse ayant une forme correspondant à celle de la pièce à réaliser et constituant le renfort fibreux du matériau composite, et la densification de la préforme par la matrice.

Des techniques couramment utilisées pour réaliser des
5 préformes sont le bobinage filamentaire consistant à enrouler des fils sur un mandrin ayant une forme correspondant à celle de la préforme à réaliser, le drapage consistant à superposer des couches ou strates de texture fibreuse bidimensionnelle sur une forme adaptée à la forme de la
10 préforme à réaliser, les strates superposées étant éventuellement liées entre elles par aiguilletage ou par couture, et encore le tissage ou tricotage tridimensionnel.

La densification de la préforme peut être réalisée de façon bien connue par voie liquide ou par voie gazeuse ou par voie mixte combinant les deux. La densification par voie liquide consiste à imprégner la
15 préforme - ou à pré-imprégner les filaments ou strates qui la constituent - par un précurseur de la matrice, par exemple une résine précurseur de carbone ou de céramique, et à transformer le précurseur par traitement thermique. La densification par voie gazeuse, ou infiltration chimique en phase vapeur, consiste à placer la préforme dans une enceinte et à
20 admettre dans l'enceinte une phase gazeuse précurseur de la matrice. Les conditions notamment de température et de pression sont ajustées pour permettre à la phase gazeuse de diffuser au sein de la porosité de la préforme et, au contact des fibres, de former sur celles-ci un dépôt du matériau constitutif de la matrice par décomposition d'un constituant de la
25 phase gazeuse ou réaction entre plusieurs constituants.

Dans le cas de pièces ayant une forme creuse non développable, telle que celle d'un bol, une difficulté particulière réside dans la fabrication d'une préforme fibreuse ayant la forme correspondante.

30 La technique du bobinage filamentaire est très difficile à mettre en oeuvre pour obtenir une forme de bol en une seule pièce. La solution qui peut être préconisée est de réaliser le pourtour de la préforme du bol par bobinage filamentaire et de réaliser séparément la partie de préforme correspondant au fond du bol.

35 La technique du drapage de strates est aussi difficile à mettre en oeuvre pour des formes aussi complexes lorsque l'on veut éviter la

formation de surépaisseurs dues à des plis des strates. Une solution connue consiste à découper les strates, notamment à former des fentes, en fonction de la forme à réaliser pour que les strates puissent épouser cette forme avec rapprochement des lèvres des découpes ou fentes lorsqu'elles sont drapées et mises en forme. Le prédécoupage des strates requiert une grande précision. Il présente en outre l'inconvénient de laisser subsister des discontinuités de fils dans la préforme.

Objets et résumé de l'invention

10 Selon un de ses aspects, l'invention a pour but de proposer un procédé de fabrication d'un bol en matériau composite thermostuctural qui permette d'éviter les inconvénients de l'art antérieur, tout en restant simple et économique.

15 Conformément à l'invention, le procédé comprend les étapes qui consistent à :

- fournir des strates fibreuses bidimensionnelles déformables,
- superposer les strates en les déformant sur une forme ayant une forme correspondante à celle du bol à réaliser, les strates épousant ladite forme par leur déformation, sans former de plis,
- 20 - lier les strates déformées entre elles au moyen de fibres s'étendant transversalement par rapport aux strates, de manière à obtenir une préforme de bol qui est ensuite densifiée.

L'invention est remarquable en ce que la préforme de bol peut être réalisée à partir de strates unitaires dans lesquelles des fentes destinées à permettre d'épouser la forme voulue n'ont pas été pratiquées. Cela contribue à assurer les meilleures tenues mécanique et cohésion du bol obtenu par densification de la préforme, et à offrir un maximum de sécurité en cas de rupture du creuset, dans le cadre de l'application au tirage de lingots de silicium.

30 Les strates sont en une texture fibreuse déformable. On utilise avantageusement une texture formée de plusieurs nappes unidirectionnelles superposées dans des directions différentes, par exemple deux nappes unidirectionnelles superposées avec des directions faisant entre elles un angle de préférence de 45° à 60°, les nappes étant
35 liées entre elles de manière à former des mailles élémentaires déformables. La liaison des nappes entre elles peut être réalisée par

aiguilletage ou par fil tricoté ou par couture. Des strates entières sont découpées aux dimensions voulues dans la texture déformable. On obtient ainsi des strates ayant une capacité de déformation suffisante pour qu'elles s'adaptent à la forme voulue par simple déformation, sans former de plis ou surépaisseurs.

Avantageusement, les strates déformées sont liées entre elles par aiguilletage, afin de transférer transversalement aux strates des fibres prélevées dans les strates par des aiguilles. Chaque nouvelle strate drapée peut être aiguilletée sur la structure sous-jacente, avantageusement en contrôlant le taux de fibres transférées, dans toute l'épaisseur de la préforme.

En variante, les nappes déformées peuvent être liées entre elles par couture ou par implantation de fils.

Dans un autre mode de mise en oeuvre du procédé selon l'invention, la texture fibreuse déformable constituant les strates est un tricot.

Les fibres constitutives des strates sont de préférence en carbone ou en précurseur de carbone. Dans ce dernier cas, un traitement thermique est effectué après réalisation de la préforme pour transformer le précurseur en carbone.

Après réalisation de la préforme, celle-ci peut être soumise à une étape de consolidation par voie liquide, et à un traitement thermique de stabilisation des fibres et de purification réalisé après ou avant consolidation.

La densification de la préforme éventuellement consolidée est réalisée de préférence par infiltration chimique en phase gazeuse.

Selon un mode préféré de réalisation, on utilise des strates fibreuses bidimensionnelles déformables en un seul tenant, exemptes de découpes ou de fentes, de manière à obtenir une préforme de bol complète, en une seule pièce, et la densification est réalisée sur la préforme de bol complète. Un bol monobloc en matériau composite thermostructural peut ainsi être directement obtenu.

Selon un autre mode de réalisation, on utilise également des strates fibreuses bidimensionnelles déformables en un seul tenant, exemptes de découpes ou de fentes, de manière à obtenir une préforme de bol complète, mais on réalise un trou à travers le fond de la préforme,

avant densification par infiltration chimique en phase vapeur. La présence de ce trou favorise l'écoulement de la phase gazeuse, ce qui peut augmenter le rendement de la densification, notamment dans le cas de bols de grandes dimensions. Après densification au moins partielle de la

5 préforme, le trou est obturé par un bouchon. On pourra utiliser un bouchon en matériau composite thermostuctural. Après obturation du trou par le bouchon, une étape finale de densification par infiltration chimique en phase vapeur pourra être réalisée.

Selon encore un autre mode de réalisation, on utilise des

10 strates fibreuses bidimensionnelles en un seul tenant présentant une ouverture sensiblement centrale et on superpose les strates sur la forme en alignant leurs ouvertures de manière à obtenir une préforme de bol présentant un trou traversant le fond de la préforme et formé par les ouvertures alignées des strates. Après densification au moins partielle de

15 la préforme par infiltration chimique en phase vapeur, le trou est obturé par un bouchon. Comme indiqué ci-dessus, le bouchon peut être en matériau composite thermostuctural et une étape finale d'infiltration chimique en phase vapeur peut-être réalisée.

Dans tous les cas, après densification de la préforme, on

20 obtient une ébauche de bol.

Un traitement thermique final de purification peut alors être éventuellement réalisé.

En outre, un dépôt final de carbone pyrolytique et/ou de carbure de silicium (SiC) peut être réalisé, au moins sur la face interne du

25 bol.

Selon un autre aspect, l'invention concerne aussi un bol en matériau composite thermostuctural tel qu'il peut être obtenu par le procédé défini ci-avant.

Selon l'invention, un tel bol est caractérisé en ce qu'il comprend

30 un renfort fibreux comprenant des strates fibreuses bidimensionnelles qui sont superposées et liées entre elles par des fibres s'étendant transversalement par rapport aux strates.

Avantageusement, le renfort fibreux est en une seule pièce formé de strates bidimensionnelles en un seul tenant, exemptes de fentes

35 et de découpes.

Un revêtement de carbone pyrolytique peut être présent sur la surface du bol, au moins du côté intérieur du bol.

L'invention concerne aussi l'utilisation d'un tel bol comme support de creuset, en particulier pour la production de silicium monocristallin. Une couche de protection, par exemple en matériau composite thermostuctural, tel qu'un composite C-C peut être interposée entre le bol et le creuset.

Brève description des dessins

10 L'invention sera mieux comprise à la description faite ci-après à titre indicatif mais non limitatif, en référence aux dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 est une demi-vue en coupe très schématique montrant un bol en matériau composite utilisé comme support de creuset dans une installation de production de lingots de silicium ;

- la figure 2 est un diagramme montrant des étapes successives d'un premier mode de mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention ;

20 - les figures 3A, 3B et 3C sont des vues illustrant une strate bidimensionnelle à mailles déformables utilisable pour la mise en oeuvre du procédé de la figure 2 ;

- la figure 4 est une vue très schématique d'un dispositif d'aiguilletage en forme utilisable pour la mise en oeuvre du procédé de la figure 2 ; et

25 - la figure 5 est une vue schématique partielle montrant un complément de drapage de strates au niveau d'une partie de fond du bol.

- la figure 6 est un diagramme montrant des étapes successives d'un deuxième mode de mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention ;

30 - la figure 7 est une vue schématique en coupe montrant l'obturation par un bouchon d'un trou formé au fond d'une préforme ;

- la figure 8 est un diagramme montrant des étapes successives d'un troisième mode de mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention ; et

- la figure 9 est une vue très schématique montrant un drapage de strates selon encore un autre mode de mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention.

5 Description détaillée de modes de réalisation de l'invention

Comme déjà indiqué, un exemple non limitatif d'application de l'invention est la réalisation de bols en matériau composite thermostuctural pour le support de creusets dans des installations de production de lingots de silicium monocristallin.

10 La figure 1 montre très schématiquement un tel bol en matériau composite, par exemple en matériau composite C/C, qui supporte un creuset 5, généralement en silice. Le bol 1 repose sur un support annulaire formé par une bague 2 montée à l'extrémité d'un arbre 3 en formant avec celui-ci un décrochement 4. Le bol a une partie de fond 1a
15 et une partie de pourtour 1b ayant une portion sensiblement cylindrique qui se raccorde à la partie de fond par une portion à profil arrondi. La partie de fond du bol 1 est usinée pour former une portée de centrage correspondant au décrochement 4 et une surface d'appui sur la bague 2.

Après remplissage du creuset par du silicium, l'ensemble est
20 placé dans un four et la température dans le four est portée à une valeur suffisante pour provoquer la liquéfaction du silicium. A cette température, supérieure à 1420°C, le creuset de silice se ramollit et épouse la forme du bol. Un germe présentant l'arrangement cristallin est ensuite amené au contact du bain de silicium puis un lingot est extrait lentement en formant
25 une colonne entre le germe et le bain. Un lingot peut ainsi être tiré jusqu'à une longueur pouvant être de 1 à 2 m.

Ce procédé de fabrication de lingots de silicium est bien connu et ne fait pas partie de l'invention, de sorte qu'une description plus détaillée n'est pas nécessaire.

30 Par leur capacité à conserver des bonnes propriétés mécaniques et une bonne stabilité dimensionnelle aux températures élevées, les matériaux composites thermostucturaux conviennent particulièrement pour la réalisation de bols destinés à cette application.

Dans la description qui suit, on envisage la réalisation de bols
35 en matériaux composites C/C à renfort fibreux en fibres de carbone et matrice en carbone ou au moins essentiellement en carbone. L'invention

englobe aussi la réalisation de bols en matériaux composite de type CMC, à renfort fibreux en fibres en céramique (par exemple en fibres SiC) et à matrice également céramique (par exemple également en SiC), les technologies d'élaboration des CMC étant bien connues.

5 Le renfort fibreux peut être réalisé à partir de fils de carbone tels que disponibles dans le commerce, mais de préférence exempts de traitement de surface habituellement prévu pour apporter des fonctions de surface favorisant la liaison avec une matrice organique, lorsque ces fils sont utilisés pour former des matériaux composites de type fibres/résine
10 non destinés à des applications à des températures élevées. L'absence de fonctions de surface permet d'éviter des contraintes internes lors du processus de fabrication du matériau composite avec le procédé de l'invention.

 En variante, avant ou immédiatement après réalisation du
15 renfort fibreux, on pourra faire subir à des fils de carbone habituels du commerce un traitement thermique visant à éliminer des fonctions de surface, ou on pourra munir les fibres constitutives des fils d'un revêtement d'interphase en carbone pyrolytique de faible épaisseur, typiquement inférieure ou égale à 0,1 μm . Le revêtement d'interphase en
20 carbone pyrolytique peut être obtenu par dépôt chimique en phase vapeur, comme décrit dans le brevet US 4 748 079 de la déposante.

 Un premier mode de mise en oeuvre d'un procédé de fabrication de bol en matériau composite sera maintenant décrit en référence à la figure 2.

25 Une première étape 10 du procédé consiste à fournir des strates bidimensionnelles déformables en fibres de carbone.

 Les strates sont en une texture fibreuse déformable avantageusement formée de nappes unidirectionnelles en fils de carbone dépourvus de fonctions de surface, qui sont superposées avec des
30 directions différentes et liées entre elles de façon à former des mailles élémentaires déformables.

 La liaison des nappes entre elles peut être réalisée par aiguilletage léger qui assure la cohésion de la texture, tout en ménageant une capacité de déformation suffisante. Il est possible aussi de lier les
35 nappes entre elles par couture au moyen d'un fil passant d'une face à l'autre de la texture.

De préférence, la liaison des nappes est réalisée par tricotage d'un fil passant d'une face à l'autre de la texture, comme montré par les figures 3A à 3C. De telles textures déformables sont connues et décrites dans le document WO 98/44182 de la déposante. Elles sont formées de

5 deux nappes unidirectionnelles superposées avec leurs directions faisant entre elles un angle inférieur à 90°, de préférence compris dans la plage allant de 45° à 60°.

Les figures 3A et 3B montrent les faces endroit et envers de la texture 102, tandis que la figure 3C montre de façon détaillée le point de tricot 108 utilisé. Le point 108 forme des boucles 108a entrelacées,

10 allongées dans une direction longitudinale de la texture 102 en formant plusieurs rangées parallèles, et des trajets en V ou en zig-zag 108b qui relie les boucles entre rangées voisines. La texture 102 est située entre les trajets 108b situés sur la face endroit (figure 3A) et les boucles 108a

15 situées sur la face envers (figure 3B), donnant au tricot l'apparence d'un point zig-zag sur une face et d'un point chaînette sur l'autre face. Le point de tricot englobe plusieurs fils de chaque nappe unidirectionnelle selon la jauge choisie pour le dispositif de tricotage.

Les points de liaison entre les trajets 108b en zig-zag et les

20 boucles 108a, tels que les points A,B,C,D de la figure 3C, définissent les sommets de mailles élémentaires déformables. Dans ce cas, sont déformables à la fois les mailles définies par le point tricot et les mailles définies par des points de croisement entre fils des nappes, lesquels points de croisement forment des parallélogrammes déformables.

25 Le fil de tricot utilisé 106 peut être un fil de carbone ou en précurseur de carbone, ou un fil en matériau fugitif, c'est-à-dire en un matériau susceptible d'être éliminé par dissolution ou par la chaleur, sans laisser de résidu, à un stade ultérieur de la fabrication du bol composite. Un exemple de fil fugitif est un fil en PVA (alcool polyvinylique) soluble

30 dans l'eau.

Les strates sont découpées dans la texture déformable aux dimensions extérieures voulues selon la forme et les dimensions du bol à réaliser. Les strates sont entières, en un seul tenant, c'est-à-dire exemptes de découpes internes ou fentes.

A l'étape suivante 20 du procédé, les strates sont drapées sur un outillage ayant une forme correspondant à celle du bol à réaliser. Le drapage peut être réalisé manuellement.

Grâce à la déformabilité des mailles des strates et au mode de
5 drapage utilisé, on peut donner aux strates superposées la forme désirée sans formation de plis, tout en utilisant des strates en un seul tenant sans fentes ou découpes.

Par rapport à une technique consistant à former des découpes dans des strates bidimensionnelles insuffisamment déformables, par
10 exemple des découpes en forme de pétales, pour leur permettre d'épouser la forme voulue sans plis ou surépaisseurs, l'utilisation des strates à mailles déformables présente les avantages d'une plus grande facilité de drapage et de la préservation de l'intégrité de la structure des strates. Ce dernier point est particulièrement important pour les propriétés
15 mécaniques du bol finalement réalisé.

Les strates sont superposées en les décalant angulairement autour de l'axe de la préforme passant par le sommet de celle-ci, de manière à éviter une superposition exacte des motifs, source d'hétérogénéité de structure.

20 Les strates sont empilées jusqu'à atteindre l'épaisseur désirée pour la préforme de bol et sont liées entre elles par aiguilletage (étape 30).

L'aiguilletage peut être réalisé après le drapage des strates ou, de préférence, au fur et à mesure du drapage, par exemple en aiguilletant
25 chaque nouvelle strate drapée.

On utilise par exemple une installation d'aiguilletage telle que décrite dans le brevet US 5 226 217 de la demanderesse. Comme montré très schématiquement par la figure 4, une telle installation comprend une table 300 supportant une forme 302, un robot 304 avec son unité de
30 commande 306 reliée à une console d'opérateur 308 et une tête d'aiguilletage 310 fixée à l'extrémité du bras 312 du robot 304. Le bras 312 est à son autre extrémité, articulé autour d'un axe vertical sur un support 314 mobile verticalement. Au voisinage de la tête d'aiguilletage, le bras 312 comprend une articulation multiple 316.

35 La tête d'aiguilletage 310 possède ainsi les degrés de liberté nécessaires pour être amenée dans la position voulue et avec l'orientation

voulue pour aiguilleter des strates drapées sur la forme 302 suivant des trajectoires préétablies et une direction d'incidence prédéterminée, généralement normale aux strates.

5 La forme 302 est munie d'un revêtement d'embase, par exemple un feutre dans lequel les aiguilles de la tête 310 peuvent pénétrer sans dommage.

10 La tête d'aiguilletage 310 est munie d'une plaque d'appui 310a présentant des perforations pour le passage des aiguilles. La plaque d'appui est rappelée élastiquement pour permettre d'exercer sur les strates en cours d'aiguilletage une pression contrôlée.

15 Avantageusement, l'aiguilletage est réalisé avec contrôle du taux de fibres transférées par les aiguilles transversalement par rapport aux strates. Ceci peut être réalisé en contrôlant la profondeur de pénétration des aiguilles de manière à obtenir une densité d'aiguilletage sensiblement constante dans l'épaisseur de la préforme.

20 La préforme 320 constituée par les strates 102 drapées et aiguilletées est avantageusement complétée par drapage de strates supplémentaires (étape 40) ayant des dimensions limitées à celles de la partie de fond d'un bol à réaliser.

25 Comme le montre la figure 5, les strates supplémentaires 104, qui peuvent être de même nature que les strates 102, sont drapées sur le fond de la préforme 320 jusqu'à atteindre une épaisseur suffisante pour obtenir une partie de fond de bol pouvant être usinée pour former une face d'appui et une portée de centrage.

30 Les strates 104 sont liées entre elles et aux strates 102 par aiguilletage. On utilise à cet effet une installation d'aiguilletage telle que décrite ci-avant.

La préforme fibreuse obtenue est ensuite soumise à un processus de consolidation par voie liquide.

35 La préforme fibreuse 54 est à cet effet placée dans un moule 56 et imprégnée par un précurseur liquide de carbone (étape 50). L'imprégnation est réalisée par exemple par une résine phénolique.

Après polymérisation de la résine dans le moule, la préforme est retirée du moule et soumise à un traitement thermique pour carboniser la résine.

L'imprégnation peut en variante être réalisée sur la préforme maintenue sur la forme, après aiguilletage. A cet effet, de la résine est introduite dans la préforme recouverte par une enveloppe souple, par exemple en élastomère avec établissement éventuel d'une dépression.

- 5 L'enveloppe peut être retirée, et la préforme dégagée, après polymérisation de la résine et avant carbonisation de celle-ci.

L'étape suivante 60 du procédé consiste à réaliser un traitement thermique pour stabiliser les fibres de carbone dimensionnellement et purifier la préforme consolidée. Le traitement
10 thermique est réalisé à une température comprise de préférence entre 1600°C et 2800°C. Il permet d'éviter une variation dimensionnelle ultérieure des fibres lors de la suite de la fabrication du bol lorsque les fibres n'ont pas été préalablement exposées à une température au moins égale à celle à laquelle elles sont exposées ensuite, notamment lors de la
15 densification. Il permet aussi de favoriser l'évacuation d'impuretés contenues dans les fibres et dans le coke de résine de consolidation.

La préforme est ensuite densifiée par une matrice de carbone pyrolytique par infiltration chimique en phase vapeur (étape 70). A cet effet, de façon bien connue en soi, la préforme peut être placée dans une
20 enceinte dans laquelle est introduite une phase gazeuse contenant un précurseur de carbone tel que du méthane. Les conditions de pression et de température sont choisies pour permettre une diffusion de la phase gazeuse au sein de la porosité de la préforme consolidée, et une décomposition du méthane donnant un dépôt de pyrocarbone.

25 L'infiltration chimique en phase vapeur peut être réalisée dans des conditions isothermes-isobares, ou avec gradient de température, processus bien connus en eux-mêmes.

L'infiltration peut aussi être réalisée en immergeant la préforme consolidée dans un précurseur liquide et en chauffant la préforme de
30 manière à engendrer un film de précurseur gazeux à sa surface. Un tel procédé est décrit par exemple dans le document FR 2 784 695 de la déposante.

Selon une autre variante, la densification de la préforme pourrait être réalisée par voie liquide à partir d'un précurseur de la matrice
35 sous forme liquide, tel qu'une résine.

Après densification, l'ébauche de bol obtenue est usinée (étape 80) de manière notamment à former la portée de centrage et la surface d'appui au fond du bol.

Un traitement thermique final (étape 90) est réalisé, par exemple à une température de 2200°C à 2700°C, pour purifier le bol en composite C/C obtenu. De façon connue, le traitement de purification peut être réalisé en présence d'halogène.

Un dépôt final de carbone pyrolytique ou pyrocarbone (étape 100) peut être réalisé par dépôt chimique en phase vapeur. Il est formé sur la surface du bol, au moins du côté intérieur. En variante, ce dépôt final pourra être en carbure de silicium (SiC), également obtenu par dépôt chimique en phase vapeur.

Le dépôt final de pyrocarbone ou de SiC pourra être réalisé avant traitement thermique final de purification.

Un autre mode de mise en oeuvre d'un procédé selon l'invention sera maintenant décrit en référence aux figures 6 et 7.

Le procédé dont les étapes successives sont montrées sur la figure 6 comprend les mêmes étapes initiales 10 à 60 que celui de la figure 2, à savoir fourniture de strates fibreuses bidimensionnelles déformables (étape 10), drapage des strates sur une forme (étape 20), liaison des strates drapées par aiguilletage (étape 30), drapage de strates supplémentaires (étape 40), imprégnation par résine pour consolidation (étape 50) et traitement thermique de stabilisation et purification (étape 60).

Le procédé de la figure 6 se distingue ensuite de celui de la figure 2 en ce qu'avant densification de la préforme, un trou 52 est formé par usinage dans le fond de la préforme consolidée 58 (étape 65). On notera que la formation du trou 52 peut être réalisée sur la préforme non consolidée, avant imprégnation par la résine ou immédiatement après polymérisation et avant carbonisation de la résine.

La présence du trou 52 peut s'avérer bénéfique lorsque la densification de la préforme est réalisée par infiltration chimique en phase vapeur. En effet, le trou 52 favorise la circulation de la phase gazeuse dans l'enceinte où la préforme est placée.

La phase 70 de densification de la préforme est donc réalisée de préférence par infiltration chimique en phase vapeur.

La préforme ainsi densifiée est usinée (étape 80) notamment au niveau du fond.

Un bouchon est ensuite réalisé (étape 82) pour être mis en place dans le trou 52 (étape 86).

5 Le bouchon peut être en différents matériaux, par exemple en graphite ou, de préférence en matériau composite thermostuctural tel qu'en composite C/C. Le bouchon peut être réalisé en une ou plusieurs pièces obtenues par densification de préforme(s) correspondante(s). La ou chaque préforme est formée par superposition de strates
10 bidimensionnelles, par exemple en tissu, qui sont liées entre elles par aiguilletage ou par couture. Une densification par une matrice en carbone est ensuite réalisée par voie liquide ou par infiltration chimique en phase vapeur. Dans l'exemple illustré par la figure 7, le bouchon 84 est en deux pièces 84a et 84b. La pièce 84a a une forme de coupelle avec un
15 pourtour en forme de lèvre qui s'appuie sur un décrochement 52a réalisé dans le trou 52, du côté intérieur de la préforme de bol. La face externe de la pièce 84a a une forme s'inscrivant dans la continuité de la face intérieure du bol. La pièce 84b a également une forme de coupelle avec un pourtour en forme de lèvre qui s'appuie sur la face externe du fond de
20 la préforme de bol autour du trou 52. La liaison entre les pièces 84a et 84b peut être réalisée par vissage, la pièce 84a présentant une partie centrale en saillie qui est vissée dans un logement de la pièce 84b. Les pièces 84a et 84b enserrant ainsi le rebord du trou 52.

Après mise en place du bouchon, une nouvelle étape 88
25 d'infiltration chimique en phase vapeur peut être réalisée afin de parfaire l'assemblage du bouchon 84 avec la partie de fond de la préforme de bol et compléter la densification de cette dernière. La densification à l'étape 80 pourra alors avoir été réalisée de façon partielle.

Des étapes 90 et 100 de traitement thermique final de
30 purification et de dépôt de pyrocarbone peuvent ensuite être effectuées comme dans le procédé de la figure 2.

Encore un autre mode de mise en oeuvre d'un procédé selon l'invention sera brièvement décrit en référence à la figure 8.

Ce procédé comprend les mêmes étapes 10 à 100 que celui de
35 la figure 2 à l'exception des étapes 30 et 40 de liaison de strates drapées et de drapage de strates supplémentaires.

Dans le procédé de la figure 8, la liaison des strates 102 entre elles (étape 30') est réalisée par couture au moyen d'un fil 202 qui traverse l'ensemble des strates 102 drapées. Un fil similaire 204 est utilisé à l'étape 40' suivante pour lier les strates supplémentaires 104 entre elles et avec les strates 102, le fil 204 traversant l'ensemble des strates 102 et 104.

Les fils 202 et 204 peuvent être des fils en carbone similaires à ceux utilisés pour former les strates 102 et 104. En variante, on pourra utiliser des fils en matériau fugitif, c'est-à-dire en un matériau susceptible d'être éliminé par dissolution ou par la chaleur à un stade ultérieur d'élaboration du bol.

Il est possible aussi de réaliser une liaison des strates 102 entre elles par couture, et une liaison des strates 104 entre elles et avec les strates 102 par aiguilletage, comme à l'étape 40 de la figure 6.

On notera encore que le mode de liaison des strates 102 et 104 entre elles par couture pourra être aussi substitué au mode de liaison par aiguilletage dans le procédé de la figure 6.

Selon encore un autre mode de mise en oeuvre d'un procédé selon l'invention, on utilise des strates bidimensionnelles déformables présentant une ouverture sensiblement centrale.

Comme le montre la figure 9, les strates 202 munies d'une ouverture centrale 203 sont drapées sur une forme, telle la même forme 302 que celle illustrée par la figure 4. Le drapage des strates 202 est effectué de manière à aligner les ouvertures 203 dans la partie centrale du fond de la préforme en cours de constitution.

Les strates 202 sont liées entre elles par aiguilletage, comme dans le cas du procédé des figures 2 et 6, ou par couture, comme dans le cas du procédé de la figure 4.

Des strates supplémentaires 204 sont drapées au niveau du fond de la préforme, les strates 204 présentant des ouvertures sensiblement centrales 205 alignées. La liaison des strates 204 entre elles et avec les strates 202 est réalisée par aiguilletage ou par couture.

Les ouvertures alignées 203, 205 définissent un trou traversant le fond de la préforme.

Après drapage et liaison entre elles des strates 202 et 204, la fabrication du bol peut se poursuivre par des étapes de consolidation par

imprégnation de résine, de traitement thermique de stabilisation et purification, de densification par infiltration chimique en phase vapeur, d'usinage, de réalisation et de mise en place d'un bouchon obturant le trou 152, de densification finale par infiltration chimique en phase vapeur, de traitement thermique de purification et de dépôt de pyrocarbone, comme les étapes 50, 60, 70, 80, 82, 86, 88, 90 et 100 du procédé de la figure 4.

Différentes variantes pourront être apportées au procédé décrit ci-avant sans sortir du cadre de protection défini par les revendications annexées. Ainsi, la préforme peut être réalisée en fils formés de fibres de précurseur de carbone, au lieu de fibres de carbone. Les précurseurs de carbone utilisables sont, de façon connue, par exemple le polyacrylonitrile (PAN) préoxydé, les composés phénoliques, les brais. La transformation du précurseur en carbone est réalisée par traitement thermique après constitution de la préforme.

La phase de consolidation de la préforme pourra être omise. La préforme avec les strates superposées et liées les unes aux autres peut alors être placée dans un outillage de forme correspondant à celle du bol à réaliser pour être introduite dans une enceinte de densification par infiltration chimique en phase vapeur. L'outillage peut être retiré après une première phase de densification assurant une cohésion suffisante pour que la densification puisse être poursuivie sans outillage.

La phase de traitement thermique de la préforme avant densification pourra être omise, en particulier lorsqu'une stabilisation dimensionnelle des fibres n'est pas requise. Il peut en être ainsi lorsque les fibres de carbone de la préforme ont déjà été portées à une température au moins égale à celle rencontrée ultérieurement. La purification peut alors être réalisée en une seule opération, après densification.

Alternativement, la phase de purification finale pourra être omise, lorsqu'un degré de pureté suffisant de la préforme a été obtenu par traitement thermique avant la densification et lorsque la densification est réalisée avec un précurseur de carbone et dans des conditions n'introduisant pas d'impuretés en quantité significative. Lorsqu'un niveau de pureté élevé doit être respecté pour le métal contenu dans le creuset supporté par le bol fabriqué, comme c'est le cas du silicium destiné à la

fabrication de produits semi-conducteurs, le niveau d'impuretés résiduelles dans le bol doit de préférence être inférieur à 5 ppm.

En outre, la densification de la préforme pourra être réalisée avec une matrice au moins en partie réalisée en matériau céramique, par exemple en carbure de silicium obtenu par infiltration chimique en phase vapeur en utilisant un précurseur gazeux tel que le méthyltrichlorosilane.

Enfin, bien que l'on ait envisagé plus haut la formation d'un revêtement de pyrocarbone ou SiC notamment sur la face interne du bol, d'autres modes de protection pourront être adoptés, à la place ou en complément d'un revêtement de pyrocarbone ou SiC.

En particulier, on pourra interposer une couche de protection entre le bol et le creuset, pour éviter l'attaque du matériau composite du bol, comme ce peut être le cas avec un creuset en silice et un bol en matériau composite C-C.

La couche de protection est par exemple elle-même en matériau composite thermostuctural tel qu'un composite C-C et se comporte comme une couche "consommable" à remplacer périodiquement. Le matériau composite C-C utilisé peut être formé de strates bidimensionnelles en fibres de carbone liées par une matrice en carbone obtenue par voie liquide ou infiltration chimique en phase vapeur.

Une telle couche de protection 6, épousant la forme de la surface interne du bol 1 est montrée sur la figure 1.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un bol monobloc en matériau composite thermostructural formé d'un renfort fibreux densifié par une
5 matrice, comprenant la réalisation d'une préforme constitutive du renfort fibreux par drapage de strates fibreuses bidimensionnelles sur une forme ayant une forme correspondant à celle du bol à réaliser, et la densification de la préforme par un matériau constitutif de la matrice du matériau composite,
10 caractérisé par l'utilisation de strates fibreuses bidimensionnelles déformables, la superposition desdites strates sur la forme, en les déformant, les strates épousant ladite forme par leur déformation, sans former de plis, et la liaison des strates superposées entre elles au moyen de fibres s'étendant transversalement par rapport
15 aux strates, de manière à obtenir une préforme de bol qui est ensuite densifiée.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise des strates en une texture formée de plusieurs nappes unidirectionnelles superposées avec des directions différentes et liées
20 entre elles de manière à former des mailles élémentaires déformables.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'on utilise des strates en une texture formée de deux nappes unidirectionnelles superposées avec des directions faisant entre elles un angle de 45° à 60°.

25 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 et 3, caractérisé en ce que les nappes unidirectionnelles sont liées entre elles par tricotage d'un fil passant d'un côté à l'autre de la texture.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 et 3, caractérisé en ce que les nappes unidirectionnelles sont liées entre elles
30 par aiguilletage.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 et 3, caractérisé en ce que les nappes unidirectionnelles sont liées entre elles par couture avec un fil passant d'un côté à l'autre de la texture.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 6,
35 caractérisé en ce que les strates sont superposées en étant mutuellement décalées angulairement autour d'un axe passant par le sommet du bol.

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on utilise des strates fibreuses déformables formées par un tricot.

5 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que l'on utilise des strates formées de fils en fibres de carbone exemptes de fonctions de surface.

10 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que l'on utilise des strates formées de fils en fibres de carbone munies d'un revêtement d'interphase en carbone pyrolytique.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que les strates superposées sont liées entre elles par aiguilletage afin de transférer transversalement aux strates des fibres prélevées dans celles-ci.

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que chaque nouvelle strate drapée est aiguilletée sur la structure sous-jacente.

15 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 et 12, caractérisé en ce que l'on contrôle le taux de fibres transférées transversalement par rapport aux strates dans toute l'épaisseur de la préforme.

20 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que les strates superposées sont liées entre elles par couture.

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que les strates superposées sont liées entre elles par implantation de fils transversalement par rapport aux strates.

25 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, caractérisé en ce que l'on réalise une consolidation de la préforme avant densification.

30 17. Procédé selon la revendication 16, caractérisé en ce que la consolidation de la préforme est réalisée par imprégnation par une résine, polymérisation de la résine et carbonisation de la résine polymérisée.

18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, caractérisé en ce que, avant densification, on soumet la préforme à un traitement thermique de stabilisation dimensionnelle et purification à une température comprise entre 1600°C et 2800°C.

19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, caractérisé en ce que la préforme est densifiée par infiltration chimique en phase vapeur.

20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 19, caractérisé en ce que l'on utilise des strates fibreuses bidimensionnelles déformables en un seul tenant, exemptes de découpes ou de fentes, de manière à obtenir une préforme de bol complète, en une seule pièce, et la densification est réalisée sur la préforme de bol complète.

21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 19, caractérisé en ce que l'on utilise des strates fibreuses bidimensionnelles déformables en un seul tenant, exemptes de découpes ou de fentes, de manière à obtenir une préforme de bol complète, en une seule pièce, on réalise un trou à travers le fond de la préforme, avant densification de la préforme par infiltration chimique en phase vapeur et on obture ensuite le trou par un bouchon.

22. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 19, caractérisé en ce que l'on utilise des strates fibreuses bidimensionnelles déformables en un seul tenant présentant une ouverture sensiblement centrale, on superpose les strates sur la forme en alignant leurs ouvertures de manière à obtenir une préforme de bol présentant un trou traversant le fond de la préforme et formé par les ouvertures alignées des strates, on densifie la préforme par infiltration chimique en phase vapeur, et on obture ensuite le trou par un bouchon.

23. Procédé selon l'une quelconque des revendications 21 et 22, caractérisé en ce que l'on utilise un bouchon en matériau composite thermostuctural.

24. Procédé selon l'une quelconque des revendications 21 à 23, caractérisé en ce que l'on réalise une étape d'infiltration chimique en phase vapeur supplémentaire après mise en place du bouchon dans le trou ménagé au fond de la préforme.

25. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 24, caractérisé en ce qu'après densification, on réalise un traitement thermique de purification à une température comprise entre 1600°C et 2700°C.

26. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 25, caractérisé en ce qu'après densification, on forme sur le bol un revêtement de carbone pyrolytique.

27. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 25, caractérisé en ce qu'après densification, on forme sur le bol un revêtement en carbure de silicium.

28. Procédé selon l'une quelconque des revendications 21 à 27, caractérisé en ce que l'on garnit la face intérieure du bol d'un revêtement de protection.

29. Procédé selon la revendication 28, caractérisé en ce que l'on utilise un revêtement de protection en matériau composite thermostructural.

30. Bol en matériau composite thermostructural formé d'un renfort fibreux densifié par une matrice, dans lequel le renfort fibreux comprend des strates fibreuses bidimensionnelles superposées, caractérisé en ce que les strates fibreuses sont liées entre elles par des fibres s'étendant transversalement par rapport aux strates.

31. Bol selon la revendication 30, caractérisé en ce qu'il est monobloc et comprend des strates bidimensionnelles de renfort en un seul tenant, exemptes de découpes ou de fentes.

32. Bol selon l'une quelconque des revendications 30 et 31, caractérisé en ce que les strates fibreuses sont formées de nappes unidirectionnelles superposées avec des directions différentes.

33. Bol selon la revendication 32, caractérisé en ce que les strates fibreuses sont en fibres de carbone.

34. Bol selon la revendication 33, caractérisé en ce que la matrice est au moins en partie en carbone pyrolytique.

35. Bol selon l'une quelconque des revendications 33 et 34, caractérisé en ce que la matrice est au moins en partie en céramique.

36. Bol selon la revendication 35, caractérisé en ce que la matrice est au moins en partie en carbure de silicium.

37. Bol selon l'une quelconque des revendications 30 à 36, caractérisé en ce qu'au moins sa face interne est revêtue d'une couche de carbone pyrolytique.

38. Bol selon l'une quelconque des revendications 30 à 36, caractérisé en ce qu'au moins sa face interne est revêtue d'une couche de carbure de silicium.

5 39. Utilisation d'un bol selon l'une quelconque des revendications 30 à 38 pour le support d'un creuset dans une installation de production de lingots de silicium monocristallin, caractérisée en ce que l'on interpose une couche de protection entre le bol et le creuset.

40. Bol selon la revendication 39, caractérisé en ce que l'on utilise une couche de protection en matériau composite thermostuctural.

1/6

FIG.1

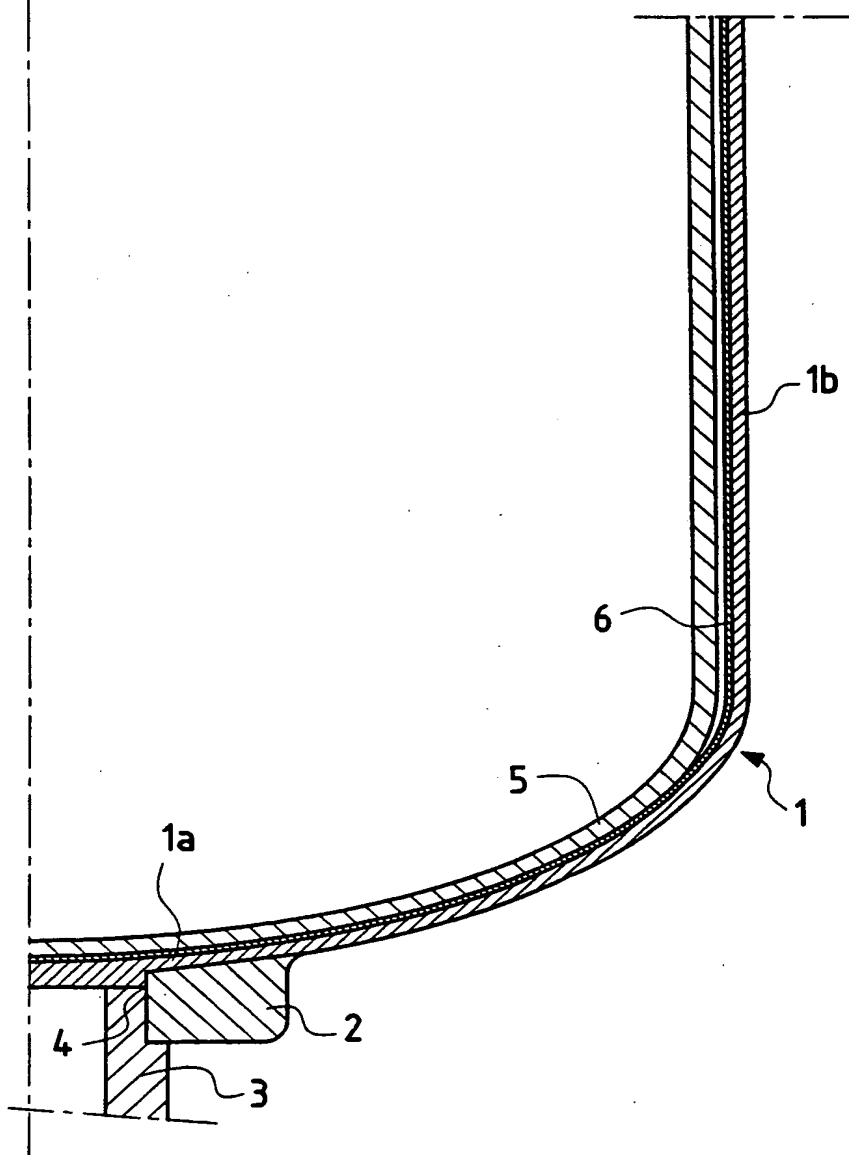
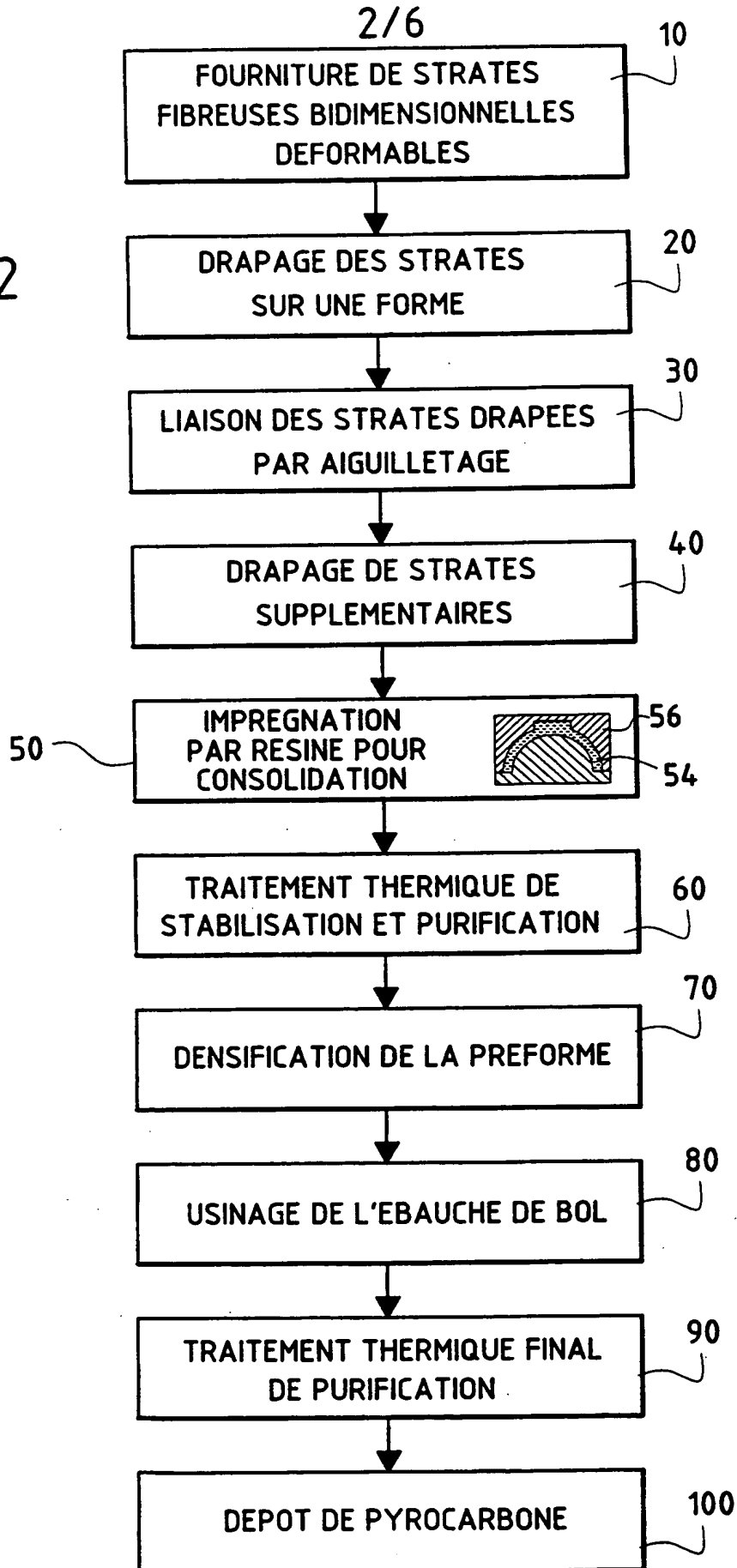


FIG.2



3/6

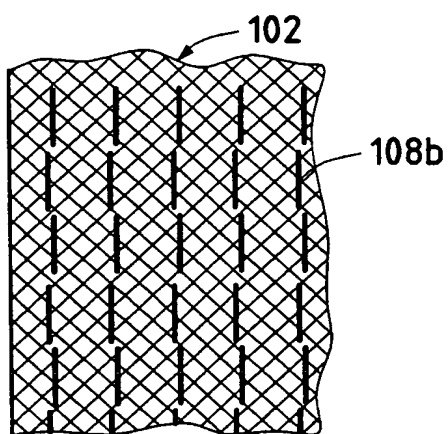


FIG. 3A

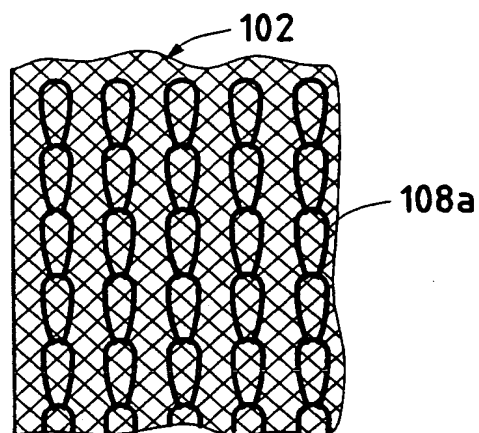
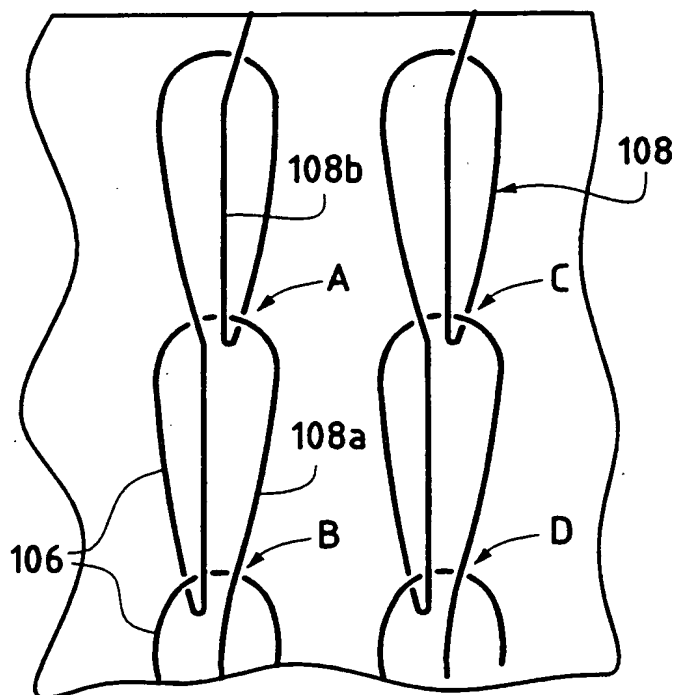
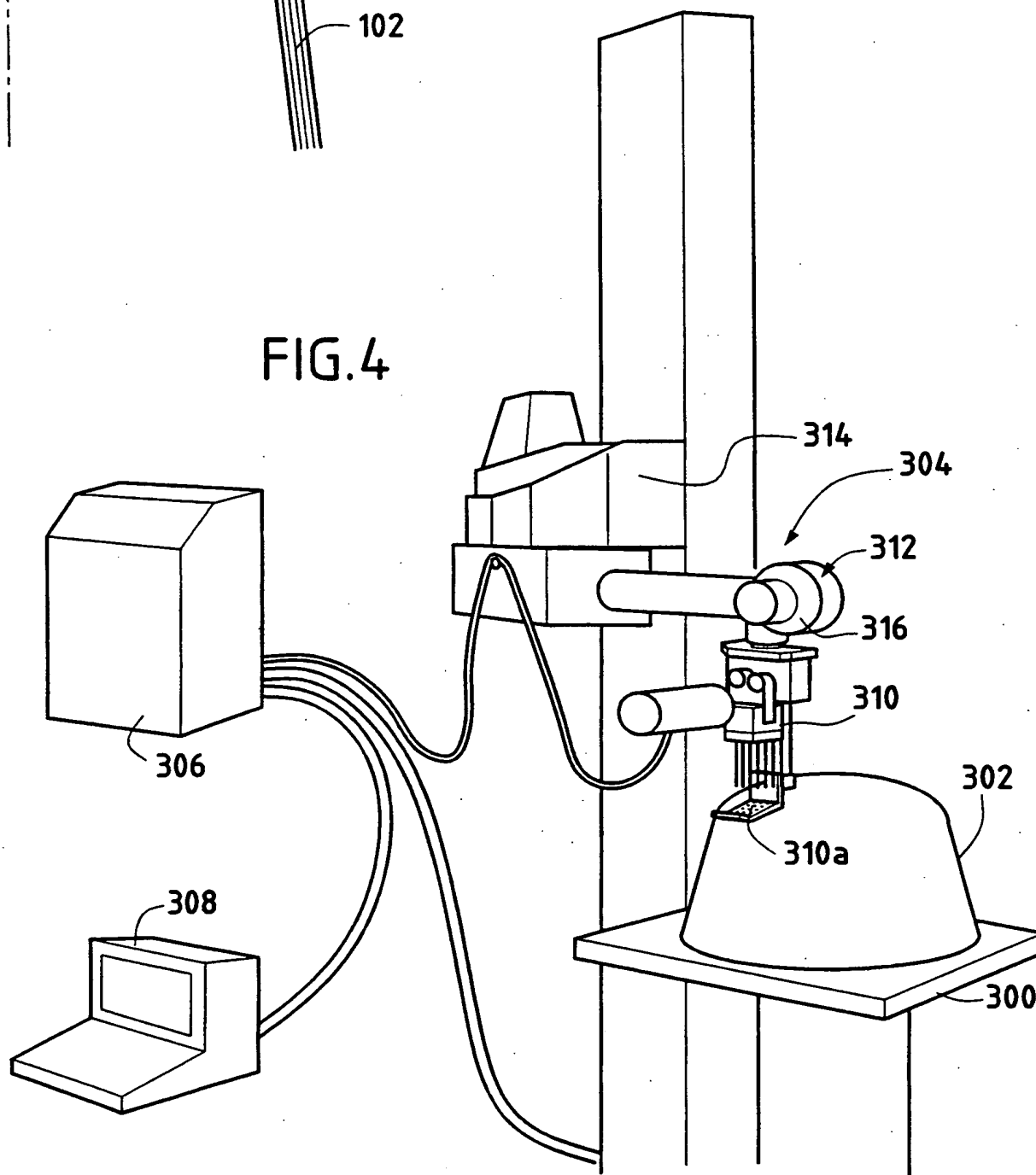
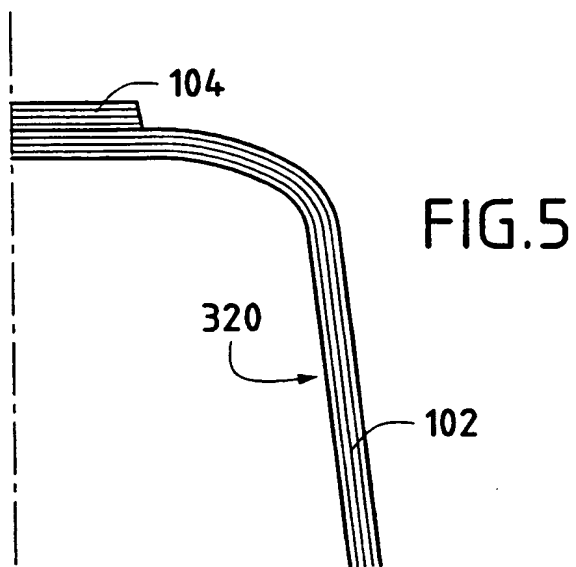


FIG. 3B

FIG. 3C



4/6



5/6

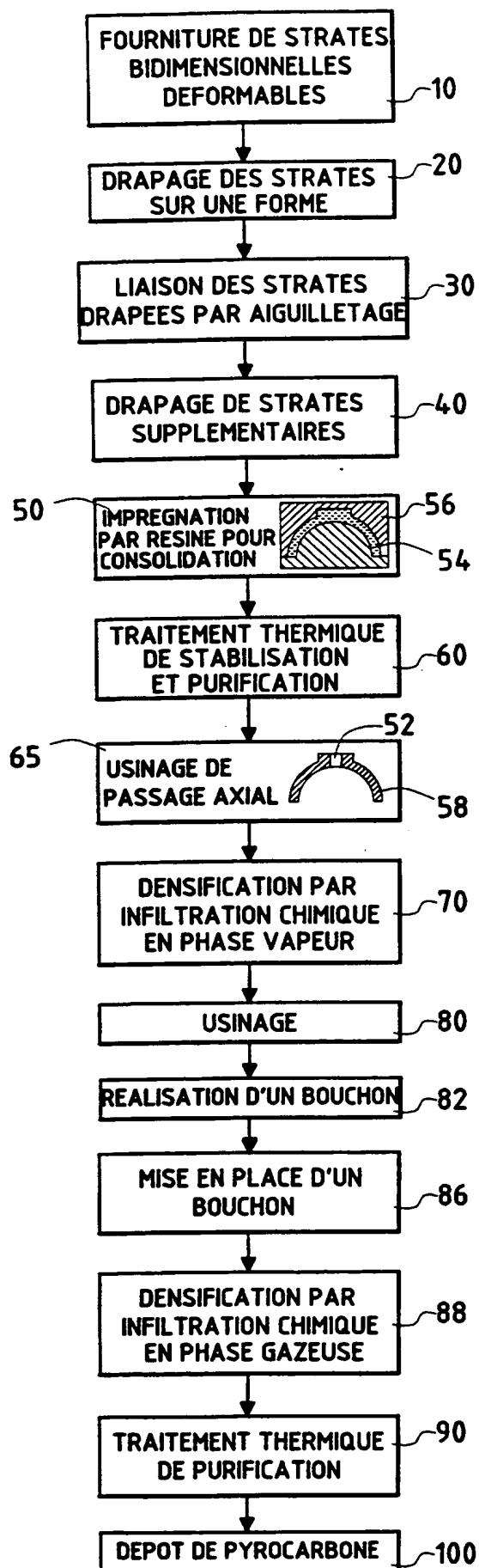


FIG.6

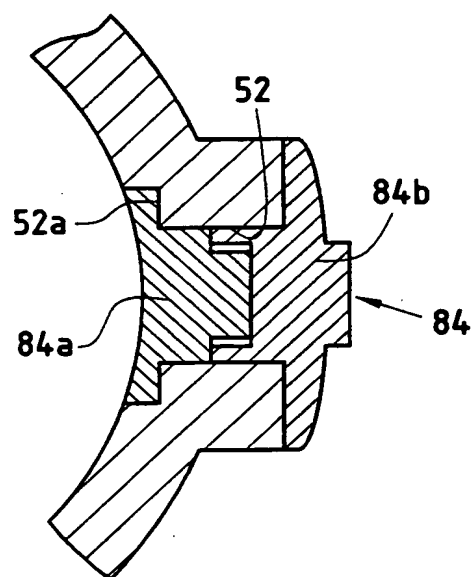


FIG.7

6/6

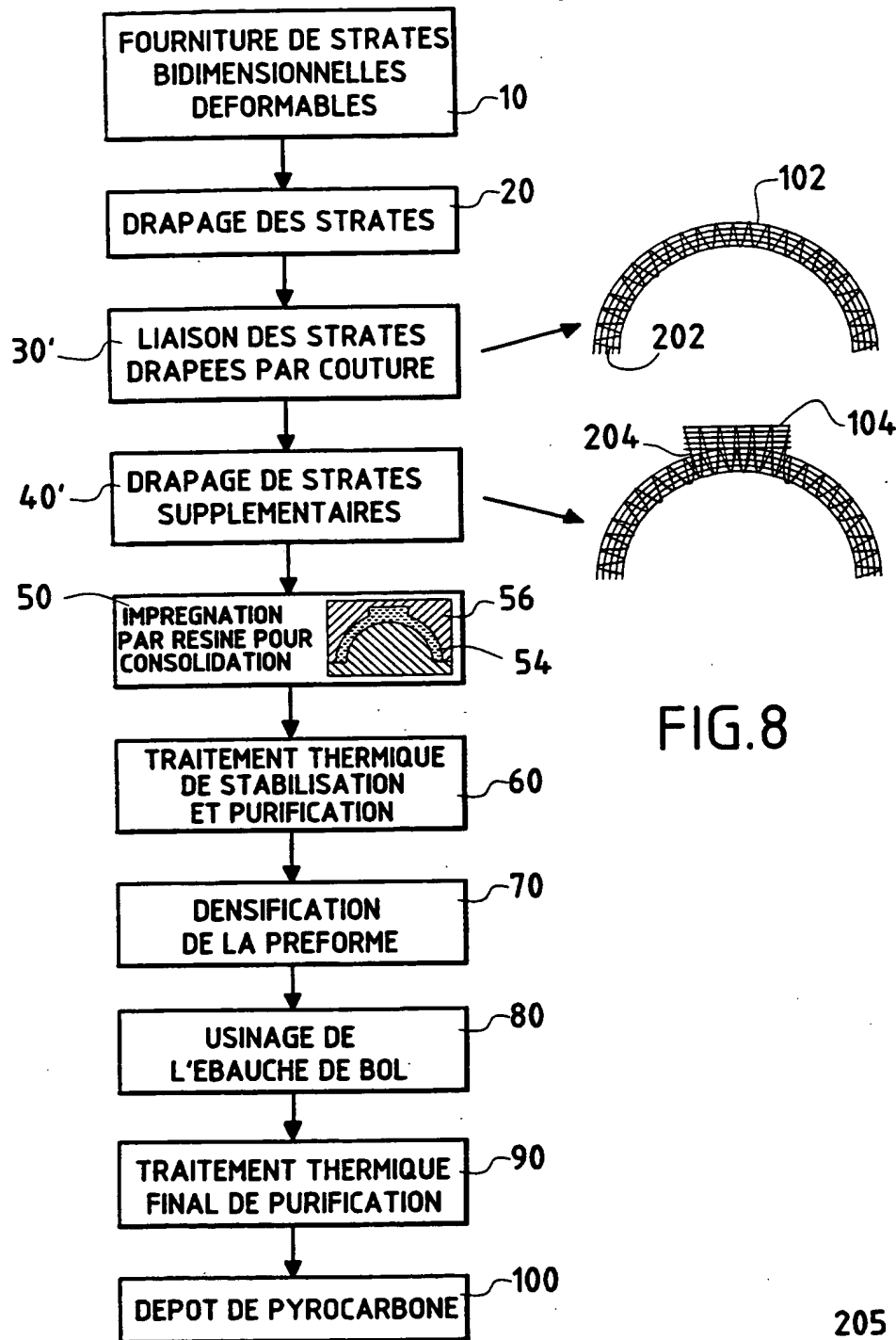


FIG.8

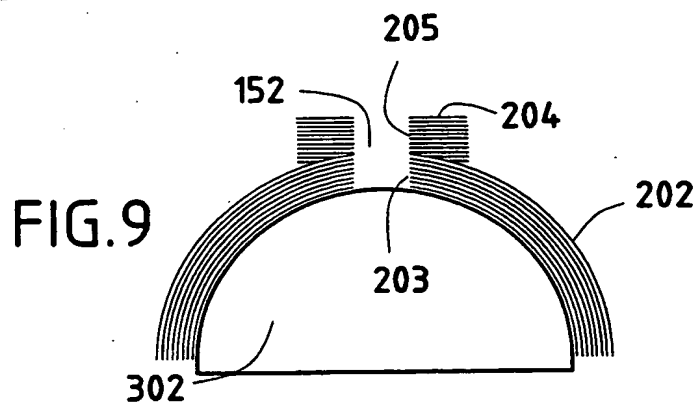


FIG.9

TRAN DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

Expéditeur : L'ADMINISTRATION CHARGÉE DE
LA RECHERCHE INTERNATIONALE

PCT

NOTIFICATION DE TRANSMISSION DU
RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE
OU DE LA DECLARATION

(règle 44.1 du PCT)

Destinataire

CABINET BEAU DE LOMENIE
A l'att. de Joly, Jean-Jacques
158, rue de l'Université
F-75340 Paris Cedex 07
FRANCE

BEAU DE LOMENIE
05.08.01 08093
COURRIER ARRIVE

Date d'expédition
(jour/mois/année)

06/08/2001

Référence du dossier du déposant ou du mandataire

H11685JJJ622

POUR SUITE A DONNER

voir les paragraphes 1 et 4 ci-après

Demande internationale n°

PCT/FR 00/03276

Date du dépôt international
(jour/mois/année)

24/11/2000

Déposant

SNECMA MOTEURS et al.

1. ☒ Il est notifié au déposant que le rapport de recherche internationale a été établi et lui est transmis ci-joint.

Dépôt de modifications et d'une déclaration selon l'article 19 :

Le déposant peut, s'il le souhaite, modifier les revendications de la demande internationale (voir la règle 46):

Quand? Le délai dans lequel les modifications doivent être déposées est de deux mois à compter de la date de transmission du rapport de recherche internationale ; pour plus de précisions, voir cependant les notes figurant sur la feuille d'accompagnement.

Où? Directement auprès du Bureau international de l'OMPI
34, chemin des Colombettes
1211 Genève 20, Suisse
n° de télécopieur: (41-22)740.14.35

Pour des instructions plus détaillées, voir les notes sur la feuille d'accompagnement.

2. ☐ Il est notifié au déposant qu'il ne sera pas établi de rapport de recherche internationale et la déclaration à cet effet, prévue à l'article 17.2)a), est transmise ci-joint.
3. ☐ En ce qui concerne la réserve pouvant être formulée, conformément à la règle 40.2, à l'égard du paiement d'une ou de plusieurs taxes additionnelles, il est notifié au déposant que
- ☐ la réserve ainsi que la décision y relative ont été transmises au Bureau international en même temps que la requête du déposant tendant à ce que le texte de la réserve et celui de la décision en question soient notifiés aux offices désignés.
- ☐ la réserve n'a encore fait l'objet d'aucune décision; dès qu'une décision aura été prise, le déposant en sera avisé.

4. **Mesure(s) consécutive(s) :** Il est rappelé au déposant ce qui suit:

Peu après l'expiration d'un délai de 18 mois à compter de la date de priorité, la demande internationale sera publiée par le Bureau international. Si le déposant souhaite éviter ou différer la publication, il doit faire parvenir au Bureau international une déclaration de retrait de la demande internationale, ou de la revendication de priorité, conformément aux règles 90bis.1 et 90bis.3, respectivement, avant l'achèvement de la préparation technique de la publication internationale.

Dans un délai de 19 mois à compter de la date de priorité, le déposant doit présenter la demande d'examen préliminaire international s'il souhaite que l'ouverture de la phase nationale soit reportée à 30 mois à compter de la date de priorité (ou même au-delà dans certains offices).

Dans un délai de 20 mois à compter de la date de priorité, le déposant doit accomplir les démarches prescrites pour l'ouverture de la phase nationale auprès de tous les offices désignés qui n'ont pas été élus dans la demande d'examen préliminaire international ou dans une élection ultérieure avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité ou qui ne pouvaient pas être élus parce qu'ils ne sont pas liés par le chapitre II.

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale



Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL-2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Alicja Van der Heijden

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

NOTIFICATION RELATIVE A LA
REVENDICATION DE PRIORITE(règles 26bis.1 et 26bis.2 et
instructions administratives 402 et 409 du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

JOLY, Jean-Jacques
Cabinet Beau de Lomenie
158, rue de l'Université
F-75340 Paris Cedex 07
FRANCE

Date d'expédition (jour/mois/année) 14 février 2001 (14.02.01)	NOTIFICATION IMPORTANTE
Référence du dossier du déposant ou du mandataire H11685JJJ622	
Demande internationale No. PCT/FR00/03276	Date du dépôt international (jour/mois/année) 24 novembre 2000 (24.11.00)
Déposant SNECMA MOTEURS etc	

Il est **notifié** au déposant que la mesure suivante a été prise en ce qui concerne la revendication de priorité contenue dans la demande internationale.

1. ☐ **Correction de la revendication de priorité.** Conformément à la communication du déposant reçue le: ,
la revendication de priorité suivante a été corrigée comme suit:
 - ☐ bien que l'indication du numéro de la demande antérieure manque.
 - ☐ bien que l'indication suivante figurant dans la revendication de priorité ne soit pas la même que l'indication correspondante figurant dans le document de priorité:
2. ☒ **Adjonction d'une revendication de priorité.** Conformément à la communication du déposant reçue le: 11 décembre 2000 (11.12.00),
la revendication de priorité suivante a été ajoutée:
FR 24 novembre 1999 (24.11.99) 99/14766
 - ☐ bien que l'indication du numéro de la demande antérieure manque.
 - ☐ bien que l'indication suivante figurant dans la revendication de priorité ne soit pas la même que l'indication correspondante figurant dans le document de priorité:
3. ☐ Suite à la **correction** ou à l'**adjonction** de la ou des revendications de priorité visées aux points 1 ou 2, la date de priorité (la plus ancienne) est:
4. ☐ **Revendication de priorité considérée comme n'ayant pas été présentée**
 - ☐ Le déposant n'a pas répondu à l'invitation selon la règle 26bis.2.a) (formulaire PCT/IB/316) dans le délai prescrit.
 - ☐ La communication du déposant a été reçue après l'expiration du délai prescrit selon la règle 26bis.1.a).
 - ☐ La communication du déposant ne contient pas la correction de la revendication de priorité afin que cette dernière satisfasse aux exigences énoncées à la règle 4.10.

Le déposant peut, avant l'achèvement de la préparation technique de la publication internationale et sous réserve du paiement d'une taxe, demander au Bureau international de publier des renseignements concernant la revendication de priorité en même temps que la demande internationale. Voir la règle 26bis.2.c) et le Guide du déposant du PCT, volume I, annexe B2(1B).
5. ☐ Au cas où **plusieurs priorités** sont revendiquées, le ou les points ci-dessus concernent la ou les revendications de priorité suivantes:
6. Une copie de la présente notification a été envoyée à l'office récepteur et
 - ☒ à l'administration chargée de la recherche internationale (lorsque le rapport de recherche internationale n'a pas encore été établi).
 - ☒ aux offices désignés (qui ont déjà été avisés de la réception de l'exemplaire original).

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse	Fonctionnaire autorisé Sean Taylor
no de télécopieur (41-22) 740.14.35	no de téléphone (41-22) 338.83.38

SEP 14 2001

TC 1700

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire H11685JJJ622	POUR SUITE voir la notification de transmission du rapport de recherche internationale (formulaire PCT/ISA/220) et, le cas échéant, le point 5 ci-après A DONNER	
Demande internationale n° PCT/FR 00/03276	Date du dépôt international (jour/mois/année) 24/11/2000	(Date de priorité (la plus ancienne) (jour/mois/année) 11/08/2000
Déposant SNECMA MOTEURS et al.		

Le présent rapport de recherche internationale, établi par l'administration chargée de la recherche internationale, est transmis au déposant conformément à l'article 18. Une copie en est transmise au Bureau international.

Ce rapport de recherche internationale comprend 03 feuilles.

☒ Il est aussi accompagné d'une copie de chaque document relatif à l'état de la technique qui y est cité.

1. Base du rapport

- a. En ce qui concerne la **langue**, la recherche internationale a été effectuée sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous le même point.

☐ la recherche internationale a été effectuée sur la base d'une traduction de la demande internationale remise à l'administration.

- b. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), la recherche internationale a été effectuée sur la base du listage des séquences :

☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.

☐ déposée avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.

☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.

☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.

☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences présenté par écrit et fourni ultérieurement ne vas pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.

☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous forme déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences présenté par écrit, a été fournie.

2. ☐ Il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche (voir le cadre I).

3. ☐ Il y a absence d'unité de l'invention (voir le cadre II).

4. En ce qui concerne le **titre**,

☒ le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant.

☐ Le texte a été établi par l'administration et a la teneur suivante:

5. En ce qui concerne l'**abrégé**,

☒ le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant

☐ le texte (reproduit dans le cadre III) a été établi par l'administration conformément à la règle 38.2b). Le déposant peut présenter des observations à l'administration dans un délai d'un mois à compter de la date d'expédition du présent rapport de recherche internationale.

6. La figure **des dessins** à publier avec l'abrégé est la Figure n°

☒ suggérée par le déposant.

☐ parce que le déposant n'a pas suggéré de figure.

☐ parce que cette figure caractérise mieux l'invention.

1

☐ Aucune des figures n'est à publier.

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR 00/03276

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C30B15/10 C30B35/00 C04B35/83 D04H13/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C30B C04B B29C D04H

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 98 55238 A (SGL CARBON COMPOSITES INC) 10 décembre 1998 (1998-12-10) page 9, ligne 6 - ligne 12 page 10, ligne 1 - page 11, ligne 18 ---	1-40
A	EP 0 913 504 A (TOYO TANSO CO) 6 mai 1999 (1999-05-06) le document en entier ---	1-40
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 08, 30 juin 1999 (1999-06-30) & JP 11 060373 A (TOYO TANSO KK), 2 mars 1999 (1999-03-02) abrégé --- -/--	1, 30, 39

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

G document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

22 mai 2001

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

06/08/2001

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Barathe, R

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR 2 595 621 A (EUROP PROPULSION) 18 septembre 1987 (1987-09-18) page 3, ligne 25 -page 4, ligne 25; figures ---	1, 30, 39
A	WO 97 20092 A (EUROP PROPULSION ; BROCHIER SA (FR); OLR Y PIERRE (FR); COUPE DOMINI) 5 juin 1997 (1997-06-05) figure 8 ---	1-40
A	WO 98 44182 A (GUIRMAN JEAN MICHEL ; OLR Y PIERRE (FR); COUPE DOMINIQUE (FR); LECER) 8 octobre 1998 (1998-10-08) cité dans la demande le document en entier ---	1-40
A	FR 2 669 941 A (EUROP PROPULSION) 5 juin 1992 (1992-06-05) cité dans la demande le document en entier ---	1-40
A	EP 0 971 054 A (WACKER SILTRONIC) 12 janvier 2000 (2000-01-12) le document en entier -----	1, 30, 39

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/03276

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9855238	A	10-12-1998	US 5858486 A DE 1007225 T EP 1007225 A JP 2000513702 T	12-01-1999 01-03-2001 14-06-2000 17-10-2000
EP 0913504	A	06-05-1999	US 6136094 A WO 9749844 A JP 10152391 A	24-10-2000 31-12-1997 09-06-1998
X JP 11060373	A	02-03-1999	NONE	
FR 2595621	A	18-09-1987	NONE	
X WO 9720092	A	05-06-1997	FR 2741634 A CA 2238835 A CN 1212034 A DE 69607374 D DE 69607374 T EP 0864008 A ES 2144790 T HU 9903700 A US 6009605 A	30-05-1997 05-06-1997 24-03-1999 27-04-2000 21-12-2000 16-09-1998 16-06-2000 28-03-2000 04-01-2000
X WO 9844182	A	08-10-1998	FR 2761379 A EP 0970271 A	02-10-1998 12-01-2000
X FR 2669941	A	05-06-1992	CA 2056769 A,C DE 4139714 A GB 2250519 A,B US 5226217 A	04-06-1992 04-06-1992 10-06-1992 13-07-1993
X EP 0971054	A	12-01-2000	DE 19830785 A JP 2000053490 A	13-01-2000 22-02-2000